

PCT/JP 03/16401

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

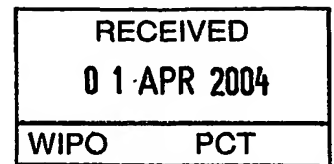
17.02.04

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 1 2 月 1 9 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 3 6 7 9 2 0
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 3 6 7 9 2 0]



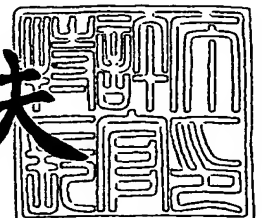
出 願 人
Applicant(s): 日本化学工業株式会社
 長瀬産業株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 3 月 1 8 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 2 1 7 4 0

【書類名】 特許願

【整理番号】 NC1-002

【提出日】 平成14年12月19日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C08K 5/50
C09K 3/16 107

【発明者】

【住所又は居所】 東京都江東区亀戸9丁目11番1号 日本化学工業株式会社
会社研究開発本部内

【氏名】 川壁 弘

【発明者】

【住所又は居所】 東京都江東区亀戸9丁目11番1号 日本化学工業株式会社
会社化学品事業本部内

【氏名】 杉矢 正

【発明者】

【住所又は居所】 東京都江東区亀戸9丁目11番1号 日本化学工業株式会社
会社化学品事業本部内

【氏名】 原 義房

【特許出願人】

【識別番号】 000230593

【氏名又は名称】 日本化学工業株式会社

【代表者】 棚橋 純一

【代理人】

【識別番号】 100106002

【弁理士】

【氏名又は名称】 正林 真之

【選任した代理人】

【識別番号】 100116872

【弁理士】

【氏名又は名称】 藤田 和子

【選任した代理人】

【識別番号】 100109265

【弁理士】

【氏名又は名称】 小池 誠

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 058975

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

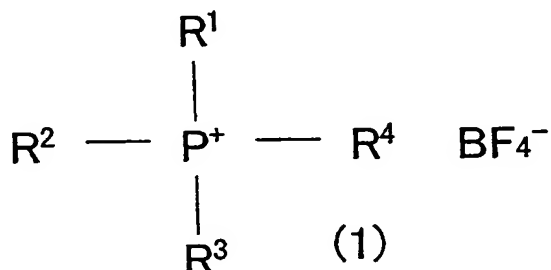
【書類名】 明細書

【発明の名称】 耐熱性に優れる樹脂用帯電防止剤および帯電防止性樹脂組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記一般式 (1)

【化 1】



(式中、R¹、R²及びR³は、ヒドロキシ基又はアルコキシ基で置換されていてもよい、炭素原子数3～8の直鎖状または分岐状のアルキル基、R⁴は、ヒドロキシ基又はアルコキシ基で置換されていてもよい、炭素原子数10～22の直鎖状または分岐状のアルキル基を示し、R¹、R²及びR³はそれぞれが同一の基であっても異なる基であってもよい。)

で表されるホスホニウム塩を有効成分として含有することを特徴とする樹脂(但し、ポリカーボネート樹脂を除く)用帯電防止剤。

【請求項 2】 ホスホニウム塩がトリ n-ブチル-n-ヘキサデシルホスホニウム 4 フッ化ホウ素である請求項 1 記載の樹脂用帯電防止剤。

【請求項 3】 前記樹脂用帯電防止剤は、残存ハロゲンが 500 ppm 以下である請求項 1 又は 2 記載の樹脂用帯電防止剤。

【請求項 4】 請求項 1 から 3 いずれか 1 項記載の樹脂用帯電防止剤が配合されてなることを特徴とする帯電防止性樹脂組成物。

【請求項 5】 前記一般式 (I) で示される前記ホスホニウム塩の配合量は、樹脂 100 重量部あたり、0.1～7 重量部である請求項 4 に記載の帯電防止性樹脂組成物。

【請求項 6】 電気・電子機器、自動車部品、機械部品、カメラ部品、時計部品、事務機器、スケルトン家具、フィルム、ボトル又は透明雑貨である請求項 4 又は 5 に記載の帯電防止性樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、各種の樹脂に優れた帯電防止性を付与することができるホスホニウム塩系帯電防止剤およびこれを含有する透明性に優れた帯電防止性樹脂組成物に関するものである。

【0002】**【従来の技術】**

樹脂用帯電防止剤としては、従来から種々の化合物が知られている。例えば、帯電防止性能を付与するために黒鉛繊維および／またはカーボンブラックを含有させる方法が提案されている。しかし、カーボンブラック等を混合すると樹脂が着色してしまい、透明性を要求される用途や淡色にカラーリングする場合には使用することができない。

【0003】

また、界面活性剤を樹脂に配合することも行われている。例えば帯電防止剤としてポリエチレングリコールとアルキルスルホン酸塩をポリエチレンテレフタレートに混合し、制電性を改良することが提案されている。また、アルキルスルホン酸金属塩やアルキルスルホン酸ホスホニウム塩をポリエステルに配合する方法（特許文献1）、アンモニウム塩を塗布又は練り込む方法等が提案されている。しかし、これらを樹脂に配合すると色調が白色不透明になったり、耐熱性が悪いために比較的高い温度で混練、又は、成型を行う必要のある樹脂には使用することができないという問題がある。

【0004】

また、帯電防止剤としてホスホニウム塩またはアンモニウム塩の塩素塩を樹脂に混合又は共重合して、帯電防止性能を付与することが提案されている。しかし、これらの方法は、遊離の塩素イオンが発生するため、樹脂の成型に使用する高価な金型を腐食させるという問題がある。

【0005】

対アニオン（a）および分子内に1個のカチオン性基（b）を有する化合物か

らなる樹脂用帯電防止剤が提案されている（例えば、特許文献2参照）。カチオン性基（b）としては4級アンモニウム塩基またはホスホニウム塩基が、対アニオン（a）としてはプロトン酸とルイス酸の組み合わせが記載されているが、実施例においてはアンモニウム塩をポリカーボネート樹脂に対して評価したのみであり、本発明を構成する特定の構造のホスホニウム塩については開示もなく、示唆もない。ホスホニウム塩とアンモニウム塩では熱分解温度に大きな差異があるため、練り込みや成型時に高温となるプラスチック材料用の帯電防止剤として用いる際には、両者は必ずしも同列に論じることができない。

【0006】

また、特定のホスホニウム塩からなるポリカーボネート用帯電防止剤及び帯電防止性ポリカーボネート樹脂組成物が提案されているが、ホスホニウム塩としてアニオン基が6-フッ化リン及び6-フッ化アンチモンの化合物を使用しており、本発明に係る4フッ化ホウ素が含まれるホスホニウム塩とは異なる（特許文献3）。

【0007】

【特許文献1】

特開平10-298411号公報

【特許文献2】

特開平11-92751号公報

【特許文献3】

特開2002-173592号公報

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、各種樹脂に優れた帯電防止性を付与することができる耐熱性に優れた帯電防止剤およびこれを含有する透明性に優れた帯電防止性樹脂組成物を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、前述の問題点に鑑み鋭意研究した結果、帯電防止剤として特定

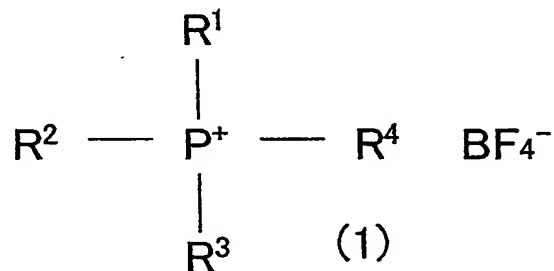
のホスホニウム塩を配合することにより、上記の問題点を解決できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0010】

すなわち、本発明は、下記一般式(1)で表されるホスホニウム塩を有効成分として含有することを特徴とする樹脂(但し、ポリカーボネート樹脂を除く)用帯電防止剤に関するものである。

【0011】

【化2】



【0012】

(式中、 R^1 、 R^2 及び R^3 は、ヒドロキシ基又はアルコキシ基で置換されていてもよい、炭素原子数3～8の直鎖状または分岐状のアルキル基、 R^4 は、ヒドロキシ基又はアルコキシ基で置換されていてもよい、炭素原子数10～22の直鎖状または分岐状のアルキル基を示し、 R^1 、 R^2 及び R^3 はそれぞれが同一の基であっても異なる基であってもよい。)

【0013】

上記帯電防止剤は、トリブチルー n-ヘキサデシルホスホニウム 4 フッ化ホウ素であることが好ましい。さらに、上記樹脂用帯電防止剤は、残存ハロゲンが500ppm以下であることが好ましい。

【0014】

また、本発明は、前記樹脂用帯電防止剤を配合してなることを特徴とする帯電防止性樹脂(但し、ポリカーボネート樹脂を除く)組成物に関するものである。前記一般式(I)で示される前記ホスホニウム塩の配合量は、樹脂100重量部あたり、0.1～7重量部であることが好ましい。更に、帯電防止性樹脂組成物は、電気・電子機器、自動車部品、機械部品、カメラ部品、時計部品、事務機器

、スケルトン家具、フィルム、ボトル又は透明雑貨であることが好ましい。

【0015】

【発明の実施の形態】

以下に、本発明を詳細に説明する。

【0016】

本発明の樹脂用帯電防止剤は、前記一般式(1)で表されるホスホニウム塩を有効成分として含有するものであり、前記一般式(1)で表されるホスホニウム塩の式中、R¹、R²及びR³は、炭素原子数3～8の直鎖状または分岐状のアルキル基を示し、アルキル基はヒドロキシ基またはアルコキシ基で置換されていてもよい。R⁴は、炭素原子数10～22の直鎖状または分岐状のアルキル基を示し、アルキル基はヒドロキシ基またはアルコキシ基で置換されていてもよい。

【0017】

R¹、R²及びR³としては、具体的には、プロピル基、ブチル基、イソプロピル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、ヒドロキシプロピル基、ヘキシル基、オクチル基、tert-オクチル基が挙げられる。またR⁴としては、ドデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基等が挙げられる。R⁴としては、直鎖状のアルキル基であることが好ましい。R¹、R²及びR³は、それぞれが同一の基であっても、異なる基であってもよい。R¹、R²及びR³は、直鎖状のアルキル基であることが好ましい。

【0018】

前記一般式(1)で表されるホスホニウム塩の具体的な化合物例としては、トリブチルーn-デシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリブチルーn-ドデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリブチルーn-テトラデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリブチルーn-ヘキサデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリブチルーn-オクタデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリブチルーn-エICOSILホスホニウム4フッ化ホウ素、トリブチルーn-ドコシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリプロピルn-デシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリプロピルn-ドデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリプロピルn-テトラデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリプロピルn-ヘキサデシルホスホニウム4フ

ッ化ホウ素、トリプロピル n -オクタデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリス(ヒドロキシプロピル) n -デシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリス(ヒドロキシプロピル) n -ドデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリス(ヒドロキシプロピル) n -テトラデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリス(ヒドロキシプロピル) n -ヘキサデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリス(ヒドロキシプロピル) n -オクタデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリヘキシル n -ドデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリヘキシル n -ヘキサデシルホスホニウム4フッ化ホウ素、トリオクチル n -ヘキサデシルホスホニウム4フッ化ホウ素等を例示することができる。これらのホスホニウム塩は1種または2種以上で用いられ、これらのうち、トリブチル n -ヘキサデシルホスホニウム4フッ化ホウ素が特に好ましい。

【0019】

本発明の樹脂用帯電防止剤は、ホスホニウム塩であることが必須の要件である。同様なカチオン型帯電防止剤としてアンモニウム塩も知られているが、ホスホニウム塩はアンモニウム塩に比べて耐熱性が高く、比較的高温で樹脂と混練・成型する際にも熱分解を起こさないことが知られている。従って、アンモニウム塩では熱分解を起こすために使用することができない場合でも、ホスホニウム塩であれば問題なく使用することができる。

【0020】

本発明において、ホスホニウム塩を構成するカチオン部分の4つの置換基のうち、3つを比較的短いアルキル基である炭素数3～8のアルキル基、残り1つを長鎖のアルキル基である炭素数10～22のアルキル基を用いるのが優れた帯電防止性能を得るためには好ましい。これは、4つの置換基すべてを同一の基とするのに比べ、界面活性剤としての性能が向上するためである。また、ホスホニウム塩を構成するアニオン部分として4フッ化ホウ素を用いることが必須の要件である。これは、他のアニオンを使用する場合に比べて耐熱性が飛躍的に向上するためである。本発明の帯電防止剤は、このアニオン部分とカチオン部分の相乗効果により、従来のアンモニウム塩系及びホスホニウム塩系の帯電防止剤と比べて帯電防止性及び耐熱性が飛躍的に向上するため、樹脂練り込み時や成型時に分解

を起こすことなく各種樹脂に配合することができ、各種樹脂に帯電防止性、耐熱性を付与し、さらに透明性の優れた樹脂とすることができる。

【0021】

本発明の樹脂用帯電防止剤は、室温においては通常固体であるが、レーザー回折法により求められる平均粒径が $100\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $1\sim 50\mu\text{m}$ 、特に $1\sim 20\mu\text{m}$ の粒子であることが望ましい。これは、 $100\mu\text{m}$ 以上であると、樹脂に練り込む際に分散性が悪く、優れた帯電防止効果を得ることができないためである。また、本発明の樹脂用帯電防止剤は、融点が通常の樹脂の混練温度よりも低く混練時には液体となるため、分散性が良いことが特徴である。

【0022】

さらに本発明の樹脂用帯電防止剤は、残存するハロゲンの含有量が硝酸銀滴定法によって測定した値で 500ppm 以下、好ましくは 400ppm 以下であることが望ましい。ここで、残存するハロゲンとは、硝酸銀滴定によって銀と難溶性塩を作成する、塩素イオン、臭素イオン、ヨウ素イオンを指す。塩素イオン等の残存量が 500ppm よりも多いと、樹脂に添加し成型する際に金型を腐食させる原因となり、また得られた樹脂成型物が黄色く着色する傾向があるため好ましくない。

【0023】

本発明の樹脂用帯電防止剤は、例えば以下のようにして製造することができる。トリアルキルホスフィンとハロゲン化アルキルを不活性ガス雰囲気下で反応させ、アニオン基がハロゲンであるホスホニウム塩を得た後（特開昭63-119491号公報参照）、所望により中和・酸化処理を行い（特開平11-124388号公報参照）、次に得られたホスホニウム塩水溶液中にホウフッ化ナトリウム水溶液を滴下し、洗浄、乾燥、所望により粉碎することにより、目的とするテトラアルキルホスホニウム4フッ化ホウ素を得ることができる。なお洗浄は、得られたテトラアルキルホスホニウム4フッ化ホウ素にイオン交換水を加え、洗浄後ろ過する操作を、ろ液を硝酸銀滴定により分析してろ液からハロゲンが 500ppm 以下となるまで繰り返し行うことが好ましい。得られた結晶を乾燥、粉碎し、目的とする樹脂用帯電防止剤を得る。アニオン基がハロゲンであるホスホニ

ウム塩としては、トリブチルヘキサデシルホスホニウムクロライド、トリブチルドデシルホスホニウムクロライド、トリプロピルヘキサデシルホスホニウムクロライド、トリブチルヘキサデシルホスホニウムブロマイド、トリブチルオクタデシルホスホニウムブロマイド等を例示することができ、これらは市販されているものを用いてもよい。

【0024】

本発明の樹脂用帯電防止剤は、本発明の目的を損なわない限りにおいて、他の帯電防止剤と併用することができる。併用することができる他の帯電防止剤としては特に限定はなく、広く公知のものを使用することができ、例えば、アルキルスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アンモニウム塩、他のホスホニウム塩等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0025】

本発明の帯電防止剤は、後述するように樹脂に混練し、樹脂内部に含有させて樹脂組成物として用いることができる他、例えば本発明の帯電防止剤を水、低級アルコール、ケトン類等の溶液または分散液とし、これを材料の表面に塗布し、乾燥することにより、材料に優れた帯電防止性を付与することができる。

【0026】

次に本発明の帯電防止性樹脂組成物について説明する。

【0027】

本発明の帯電防止性樹脂組成物は、前記一般式(1)で表されるホスホニウム塩を配合してなるものである。

【0028】

本発明に使用される樹脂としては、ポリカーボネート以外の熱可塑性樹脂が挙げられ、例えば、ポリアミド系樹脂(ナイロン6など)、ポリエステル系樹脂(ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレートなど)、ABS系樹脂、アクリル系樹脂(ポリアクリレート、ポリメチルメタクリレートなど)、ポリオレフィン系樹脂(ポリエチレン、ポリプロピレンなど)、ポリスチレン系樹脂、エポキシ系樹脂、フェノール系樹脂、不飽和ポリエステル樹脂などの樹脂が挙げられる。本発明の帯電防止剤は、従来のアンモニウム塩系帯電防止剤等に比

べて優れた耐熱性を有しているため、上述の樹脂の中で混練や成型を 200℃以上の高温で行う樹脂に対しても、好適に用いることができる。

【0029】

これらの樹脂は、単独または2種類以上混合して使用される。樹脂を製造するに際し、分子量調節剤、触媒等を必要に応じて使用することができる。

【0030】

本発明の帯電防止剤として使用される前記一般式(1)で表されるホスホニウム塩を有効成分として含有する帯電防止剤の配合量は、樹脂100重量部あたり、0.1～7重量部が好ましい。配合量が0.1重量部未満では帯電防止性に劣る場合があり、また7重量部を超えると樹脂の特性に悪影響を与える場合がある。より好ましくは、2～5重量部の範囲である。

【0031】

樹脂とホスホニウム塩の混合方法ならびに混合順序には特に制限はなく、公知の混合機、例えば、タンブラー、リボンプレンダー、高速ミキサー等により混合し、その後一軸もしくは二軸押出機により熔融混練して行うことができる。

【0032】

さらに、必要に応じて本発明の効果を損なわない範囲で、公知の添加剤、例えば、熱安定剤、離型剤、紫外線吸収剤、難燃剤、補強材、染顔料等の添加剤を配合してもよい。

【0033】

本発明の帯電防止性樹脂組成物は、ボトル、フィルム、磁気カード用フィルム等の透明性を要求される樹脂にすぐれた帯電防止性能を付与することができ、またガラス繊維強化樹脂として、電気・電子機器、自動車部品、機械部品、カメラ部品、時計部品、事務機器、雑貨等に好適に用いることができる。

【0034】

【実施例】

以下に本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はそれら実施例に制限されるものではない。尚、「部」、「%」は断りの無い限り、重量基準に基づく。

【0035】

[実施例1]

トリ n-ブチル-n-ヘキサデシルホスホニウムクロライド50%水溶液(日本化学工業株式会社製) 1783 g (1.924 モル) をイオン交換水9 Lで希釈した。ホウフッ化ナトリウム(森田化学工業社製) 222.0 g (2.024 モル) をイオン交換水1 Lに溶解し、不溶分をろ紙でろ化した後、室温(15℃)にてホスホニウム塩水溶液中に滴下した。滴下終了後、室温(25℃)で60分間熟成した。

【0036】

次に、得られたスラリーを遠心分離機でろ過した。ろ過後、得られた結晶にイオン交換水6 Lを加えて室温にて15分間攪拌し、再び遠心分離機でろ過した。ろ液を硝酸銀水溶液滴定で分析し、ハロゲン陰性になるまでスラリーの洗浄・再ろ過を繰り返した。

【0037】

次いで減圧(5 mmHg)下、70℃にて乾燥を行った。乾燥は重量が変化しなくなるまで行い、18時間後に終了した。得られたトリ n-ブチル-n-ヘキサデシルホスホニウム4フッ化ホウ素は939 gであった(収率94.3%)。

【0038】

70℃で熔融状態にあるトリブチルヘキサデシルホスホニウム4フッ化ホウ素をステンレス製バットに移し、室温にて固化させた。粉碎後、篩でふるい、10 mmHg、40℃で再乾燥して、目的とするトリブチルヘキサデシルホスホニウム4フッ化ホウ素を得た(帯電防止剤A)。

【0039】

融点: 54℃ (光透過式融点測定装置)

分解温度: 421℃ (TG-DTA)

平均粒径: 16 μm (レーザー法)

ハロゲン含有量: 85 ppm (硝酸銀滴定)

残存水分量: 0.20% (カールフィッシャー水分計)

【0040】

[実施例 2]

トリ n-ブチルー n-テトラデシルホスホニウムクロライド 50% 水溶液 (日本化学工業株式会社製) 178.3 g (0.192 モル) 及びホウフッ化ナトリウム (森田化学工業社製) 22.20 g (0.202 モル) を用いた他は、製造例 1 と同様の操作を行い、トリ n-ブチルー n-テトラデシルホスホニウム 4 フッ化ホウ素を得た (帯電防止剤 B)。

【0041】

融点: 53℃ (光透過式融点測定装置)

分解温度: 423℃ (TG-DTA)

平均粒径: 18 μm (レーザー法)

ハロゲン含有量: 78 ppm (硝酸銀滴定)

残存水分量: 0.18% (カールフィッシャー水分計)

【0042】

[比較例 1]

攪拌装置、リフラックスコンデンサー、温度計を取り付けた反応フラスコにトリブチルアミン (東京化成試薬) 29.42 g (0.159 モル)、ヘキサデシルブロマイド (東京化成試薬) 50.00 g (0.164 モル) を加え、エタノール 150 mL で希釈した後、約 2 日間加熱還流した。濃縮してエタノールを留去し、78.59 g の乳白色物を得た。

【0043】

1240 mL のジエチルエーテルを加え 40℃ にて 30 分加熱還流した。1 晩冷却した後、3 G グラスフィルターにて濾過して、乾燥すると 33.61 g の白色結晶を得た。(mp 72.4℃) 収率 43.2%。

【0044】

攪拌子を入れた 500 mL ビーカーに、上記により得たトリブチルヘキサデシルアンモニウムブロマイド 4.90 g (0.01 モル) を 160 mL のイオン交換水に溶解し、ホウフッ化ナトリウム (試薬 1 級) 1.22 g (0.011 モル) を 20 mL のイオン交換水に溶解した溶液を、室温にて添加した。200 mL のイオン交換水を追加し、約 1 時間攪拌熟成した後、3 G グラスフィルターにて

濾過し、洗浄、乾燥して、トリ n-ブチル n-ヘキサデシルアンモニウム 4 フッ化ホウ素 (4.48 g) を得た。収率: 90.1%。

【0045】

融点: 90.0℃ (光透過式融点測定装置)

分解速度: 281℃ (TG-DTA)

【0046】

[比較例 2]

トリ n-ブチルヘキサデシルホスホニウムクロライドの代わりに 50% テトラ n-ブチルホスホニウムクロライド 1127 g (1.924 モル) を用いた他は実施例 1 と同様の操作を行い、テトラ n-ブチルホスホニウム 4 フッ化ホウ素を得た (帯電防止剤 C)。

【0047】

融点: 99℃ (光透過式融点測定装置)

分解温度: 381℃ (TG-DTA)

【0048】

【表 1】

	帯電防止剤種類	熱分解温度 (°C)
実施例 1	帯電防止剤 A	421
実施例 2	帯電防止剤 B	423
比較例 1	トリ n-ブチル-n-ヘキサデシル アンモニウム 4 フッ化ホウ素	281
比較例 2	帯電防止剤 C	381

【0049】

[実施例 3]

ポリエチレンテレフタレート樹脂 (TR-4550BH、帝人化成社製) 100 部および製造例 1 で合成した帯電防止剤 A を 2 部、卓上 2 軸混練機を用いて回転数 100 rpm、温度 270℃ にて溶融混練しペレットを得た。得られたペレットを用いて、射出成形機 (クロックナー F40) を使用し、シリンダー温度 2

70℃（ノズル部）にて円板状（Φ100mm×1.6mm）の試験片を作成し、それぞれの試験に供した。試験結果を表2に示す。

【0050】

尚、試験方法は以下の通りである。

【0051】

透明性は、目視にて、着色及びにごりを観察した。

【0052】

表面抵抗値は、JIS K6911 に準拠して行った。雰囲気は、23℃/60%であった。電極は、導電ペースト（Ag）を用いた。測定時間は、1分間であった。印加電圧は、500Vであった。

【0053】

[実施例4及び5]

帯電防止剤Aの配合量を表2に示す通り変える以外は、全て実施例3と同様の操作を行い、試験片を作成し、各種の試験を行った。結果を表2に示す。

【0054】

[実施例6]

帯電防止剤Aの代わりに帯電防止剤Bを用いる以外は、全て実施例3と同様の操作を行い、試験片を作成し、各種の試験を行った。結果を表2に示す。

【0055】

[実施例7及び8]

ポリエチレンテレフタレート樹脂の代わりにポリブチレンテレフタレート樹脂（ジュラネックス2002、ウインテックポリマー社製）を用い、それぞれ表2に示す配合量で、混練温度250℃にて実施例3と同様の操作を行い、ペレットを得た。得られたペレットを用いて、射出成形機（クロックナーF40）を使用し、シリンダー温度260℃（ノズル部）にて円板状（Φ100mm×1.6mm）の試験片を作成し、それぞれの試験に供した。試験結果を表2に示す。

【0056】

[実施例9及び10]

ポリエチレンテレフタレート樹脂の代わりにポリアミド樹脂（UBEナイロン

6 1013B、宇部興産社製)を用い、それぞれ表2に示す配合量で混練温度230℃にて実施例1と同様の操作を行い、ペレットを得た。得られたペレットを用いて、射出成形機(クロックナーF40)を使用し、シリンダー温度240℃(ノズル部)にて円板状($\Phi 100\text{mm} \times 1.6\text{mm}$)の試験片を作成し、それぞれの試験に供した。試験結果を表2に示す。

【0057】

[比較例3~9]

帯電防止剤の種類を表1に示す通りに変える以外は、実施例3、7または9と同様の操作を行い、各種ペレットを得た。得られた各種ペレットならびに比較例3、6及び8においては、帯電防止剤を配合しなかったペレットを用いて、実施例3と同様に試験片を作成し、各種の試験を行った。結果を表3に示す。

【0058】

【表2】

		実施例							
		3	4	5	6	7	8	9	10
PET樹脂 (部)		100	100	100	100	—	—	—	—
PBT樹脂 (部)		—	—	—	—	100	100	—	—
PA樹脂 (部)		—	—	—	—	—	—	100	100
帯電防止剤 (部)	A	2	0.5	5	—	2	—	2	—
	B	—	—	—	2	—	2	—	2
表面抵抗値 (Ω)		3.4×10^{13}	9.7×10^{13}	5.7×10^{12}	3.6×10^{13}	3.8×10^{13}	4.3×10^{13}	2.7×10^{13}	3.0×10^{13}
外観		無色 透明	無色 透明	無色 透明	無色 透明	無色 透明	無色 透明	無色 透明	無色 透明

帯電防止剤A：トリn-ブチル n-ヘキサデシルホスホニウム4フッ化ホウ素

帯電防止剤B：トリn-ブチル n-ドデシルホスホニウム4フッ化ホウ素

【0059】

【表3】

		比較例						
		3	4	5	6	7	8	9
PET樹脂 (部)		100	100	100	—	—	—	—
PBT樹脂 (部)		—	—	—	100	100	—	—
PA樹脂 (部)		—	—	—	—	—	100	100
帯電防止剤 (部)	C	—	2	—	—	—	—	—
	D	—	—	2	—	2	—	2
表面抵抗値 (Ω)		9.0×10^{15}	1.2×10^{15}	2.4×10^{13}	1.9×10^{17}	3.2×10^{13}	3.3×10^{15}	3.4×10^{13}
外観		無色透 明	無色透 明	白濁	無色透 明	白濁	無色透 明	白濁

帯電防止剤C：テトラn-ブチルホスホニウム4フッ化ホウ素

帯電防止剤D：ドデシルスルホン酸ソーダ

【0060】

実施例3～10は、いずれも本発明の帯電防止剤を使用したケースであり、表面抵抗値は低く、また外観は無色透明である。

【0061】

一方、比較例3、6及び8は帯電防止剤が全く配合されないケースであり、この場合は当然ながら表面抵抗値は要求レベルを満足しなかった。比較例4は、上記一般式(1)におけるアルキルR⁴が炭素数4であるホスホニウム塩であり、表面抵抗値が劣ることがわかる。また比較例5、7及び9は帯電防止剤として公知のアルキルスルホン酸のナトリウム塩を配合したケースである。いずれも表面抵抗値は問題ないレベルであるが、外観が白濁した。

【0062】

【発明の効果】

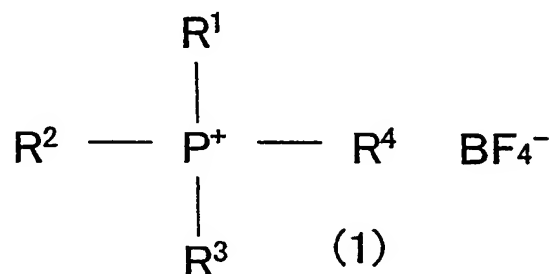
以上の通り、本発明の樹脂用帯電防止剤は、各種の樹脂に優れた帯電防止性を付与することができ、また、本発明の帯電防止性樹脂組成物は帯電防止性のみならず透明性に優れており、スケルトン家電、フィルム、雑貨等の透明性が要求される用途に好適に使用することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【解決手段】 下記一般式(1)で表されるホスホニウム塩を有効成分として含有する樹脂用帯電防止剤およびそれからなる帯電防止性樹脂組成物。

【化1】



(式中、R¹、R²及びR³は炭素原子数3～8の直鎖状または分岐状のアルキル基、R⁴は炭素原子数10～22の直鎖状または分岐状のアルキル基を示し、アルキル基はヒドロキシ基またはアルコキシ基で置換されていてもよい。また、R¹、R²及びR³はそれぞれが同一の基であっても異なる基であってもよい。)

【効果】 本発明の樹脂用帯電防止剤は、各種樹脂に優れた帯電防止性を付与することができ、また、本発明の帯電防止性樹脂組成物は帯電防止性のみならず透明性に優れており、フィルム、雑貨等の透明性が要求される用途に好適に使用することができる。

【書類名】 出願人名義変更届
【提出日】 平成15年12月 2日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
【出願番号】 特願2002-367920
【承継人】
【識別番号】 000214272
【氏名又は名称】 長瀬産業株式会社
【承継人代理人】
【識別番号】 100088155
【弁理士】
【氏名又は名称】 長谷川 芳樹
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 014708
【納付金額】 4,200円
【提出物件の目録】
【包括委任状番号】 0307499

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-367920
受付番号	50301988643
書類名	出願人名義変更届
担当官	小菅 博 2143
作成日	平成 16 年 1 月 16 日

<認定情報・付加情報>

【承継人】

【識別番号】	000214272
【住所又は居所】	大阪府大阪市西区新町 1 丁目 1 番 17 号
【氏名又は名称】	長瀬産業株式会社

【承継人代理人】 申請人

【識別番号】	100088155
【住所又は居所】	東京都中央区銀座一丁目 10 番 6 号 銀座ファーストビル 創英国際特許法律事務所
【氏名又は名称】	長谷川 芳樹

特願 2 0 0 2 - 3 6 7 9 2 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 2 3 0 5 9 3]

1. 変更年月日

1 9 9 8 年 2 月 1 8 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都江東区亀戸 9 丁目 1 1 番 1 号

氏 名

日本化学工業株式会社

特願 2002-367920

出願人履歴情報

識別番号

[000214272]

1. 変更年月日

1990年 8月30日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市西区新町1丁目1番17号

氏 名

長瀬産業株式会社